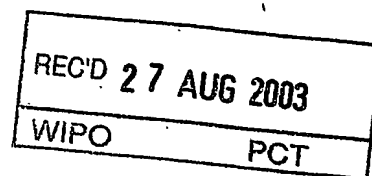




KONGERIKET NORGE
The Kingdom of Norway

REC'D PCT/PTO 31 JAN 2005
PCT/NO 03700263 #2



Bekreftelse på patentsøknad nr
Certification of patent application no

2003 3207

Det bekreftes herved at vedheftede dokument er nøyaktig utskrift/kopi av ovennevnte søknad, som opprinnelig inngitt 2003.07.15

It is hereby certified that the annexed document is a true copy of the above-mentioned application, as originally filed on 2003.07.15

Priority is claimed from patent application no 20023647 filed on 2002.07.31

2003.08.22

Line Reum

Line Reum
Saksbehandler

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



PATENTSTYRET®
Styret for det industrielle rettsvern

03-07-15*20033207

15. juli 2003

LET/-/kmg

O: 155498

Søker:

1) Sørlandets Teknologisenter AS

Televeien 3, 4879 Grimstad, Norge.

2) Per Kristian Egeberg

Bliksheia 47, 4637 Kristiansand, Norge.

Oppfinnere:

Per Kristina Egeberg

Bliksheia 47, 4637 Kristiansand, Norge.

Tittel:

Fremgangsmåte og reaktor for fremstilling av høyrent silisium, samt anvendelse av fremgangsmåten og reaktoren ved fremstilling av høyrent silisium fra uraffinert silisium

Oppfinnelsens område

Foreliggende oppfinnelse vedrører fremstilling av rent silisium, av solcellekvalitet, ved reduksjon av en silisiumforløper, spesielt triklorsilan, med hydrogen, samt
5 et apparat for utøvelse av fremgangsmåten. Mer spesielt vedrører oppfinnelsen en integrert fremgangsmåte for fremstilling av silisium av solcellekvalitet fra silisium av lavere kvalitet. Foreliggende oppfinnelsen vedrører også separering, smelting og resirkulering av partikler fra
10 avgangsgasser fra fremstilling av silisium, spesielt av silisiumpartikler fra gassfase.

Oppfinnelsens bakgrunn

Fremstilling av elementært silisium ved reduksjon av triklorsilan er velkjent. US Patent nr. 4.547.258 viser
15 fremstilling av flytende silisium ved at en blanding av triklorsilan og hydrogen føres inn i en kolonne inneholdende silisiumnitridpartikler som er oppvarmet til over silisiumets smeltepunkt. Det dannede silisium renner ned gjennom kolonnen og oppsamles under denne i form av en
20 smelte, som ytterligere kan renses ved krystallisering. Hydrogenklorid dannet ved reduksjon av triklorsilan fjernes fra toppen av kolonnen.

I US Patent nr. 4.668.493 vises en fremgangsmåte ved fremstilling av silisium ved termisk spalting av silan ved
25 at silan (SiH_4) spaltes termisk, innmatningsgassen omfattende silan og hydrogen innføres i et reaktorkammer hvor temperaturen holdes over silisiumets smeltepunkt. Dannet silisium oppsamles i bunnen av reaktoren for etterfølgende avtapping og eventuell ytterligere rensing.
30 Selv om reaktoren beskrevet i US Patent nr. 4.668.493 er spesielt velegnet for termisk spalting av silan er det også nevnt at den kan anvendes for tetraklorsilan eller triklorsilan.

US Patent nr. 4.102.764 beskriver en fremgangsmåte ved fremstilling av rent silisium ved innføring av en silisiumforløper så som tetraklorsilan, samt hydrogen inn i et lysbueoppvarmet reaksjonskammer. Bruken av dette reaksjons-

5 kammeret er vist innarbeidet i en integrert prosess for fremstilling av silisium, utgående eksempelvis fra silisiumdioksid som reduseres med karbon, det dannede urene silisium omsettes med hydrogenklorid. Etter rensing blir det dannede silanklorid innført i det nevnte lysbue-

10 oppvarmede reaksjonskammer, hvorfra flytende silisium avtappes og ikke-omsatte silanklorider, hydrogen og HCl føres til en utløpsseparator, fra hvilken silankloridene føres tilbake til lysbuereaktoren for ytterligere omsetning, fraskilt HCl etter oppfriskning med HCl anvendes

15 for omdannelse av silisium til silaner.

US Patent nr. 4.176.166 viser en fremgangsmåte ved fremstilling av rent silisium ved kontinuerlig blanding av hydrogen og minst ett halogenert silan i gassformig til-

20 stand rett over en dam av flytende silisium. Gassene innføres i oppvarmete rør og silisium dannet ved reaksjonen oppsamles i «dammen» av flytende silisium og avtappes til et underliggende kammer hvorfra flytende silisium kan avtappes for støping i en form. US Patent nr 4.176.166 er utformet slik at den ikke har mulighet for å etablere en

25 temperaturgradient, hvilke vil føre til større dannelselse av biprodukter i den varme reaksjonssonen. Siden fremgangsmåten også viser injeksjon av hydrogen gjennom det indre røret er prematur dekomponering ikke tatt hensyn til, samt at man mister muligheten for en avkjølende effekt ved

30 injisering av triklorsilan gjennom et indre kapillarrør, slik som beskrevet i foreliggende oppfinnelse. I tillegg mangler US Patent nr 4.176.166 et system for å holde nivået på silisiumsmelten konstant.

En eller flere ulemper ved de kjente fremgangsmåtene ved

35 fremstilling av flytende silisium ved reduksjon av halogenert silan med hydrogen er:

1. Prematur dekomponering av silisiumforløperen og gjengroing av tilførselsrør.
2. Tetting av utførselsrør med partikler dannet i reaktoren.
- 5 3. Forurensning.

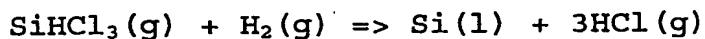
Ved hjelp av foreliggende fremgangsmåte elimineres helt eller delvis de ovenfor nevnte ulemper.

Det er kjent fra den vitenskapelige litteraturen og beslektede patenter at dekomponering av silaner i "free
10 space reactors" kan føre til dannelse av mikroskopiske silisiumpartikler som kan bæres ut av reaktoren med avgangsgassene. Mange industrielle prosesser krever fjerning av partikler fra avgangsgasser. Som oftest løses dette problemet ved separasjon av partikler i en rense-
15 prosess nedstrøms fra reaktoren. US Patent 6.176.901 viser oppfangning av silisiumpartikler dannet under Czochralski prosessen ved hjelp av adhesjon til avkjølte overflater nedstrøms for krystalltrekkingsapparatet. I noen fluidisert skjiktapplikasjoner (for eksempel US Patent nr.
20 4.992.085) benyttes interne partikkeloppsamlere og resirkulering av separerte partikler basert på gravitasjon. Alle undersøkte metoder baserer seg på prosesser der partiklene fanges opp av en overflate og samles opp eller resirkuleres i partikulær form. Ulempene med flere av disse
25 metodene er redusert effektivitet på grunn av elektrostatisk avstøting mellom overflate og partikkel, endrete strømningsforhold når partikkeloppsamleren fylles, endrete filtreringsegenskaper når filterporer tettes, begrenset filterkapasitet, kompliserte systemer for
30 transport av oppsamlet støv, og annet. I anvendelser der partiklene representerer en ressurs, og renheten av partiklene er kritisk, vil de ovenfor nevnte metodene også lettere føre til kontaminering av partiklene. Ved hjelp av

foreliggende partikellfanger elimineres helt eller delvis de ovenfor nevnte ulemper.

Sammendrag av oppfinnelsen

I henhold til foreliggende oppfinnelse fremstilles rent
5 silisium ved reduksjon av en silisiumforløper, fortrinnsvis triklorsilan, med hydrogen i en reaktor ved at flytende silisiumforløper tilføres reaktoren via et rør som er anordnet koaksialt med et ytre rør gjennom hvilket hydrogengass innføres. Den nedre delen av reaktoren holdes
10 ved silisiumets smeltepunkt, ca 1410 °C og den øvre delen holdes ved omgivelsestemperatur. Flytende silisium dannes i henhold til følgende reaksjonsligning:



Oppfinnelsen vedrører også en reaktor for utøvelse av
15 fremgangsmåten, samt anvendelse av denne i et integrert, tilnærmet lukket system for fremstilling av høyrent silisium fra et silisiumråmateriale.

Oppfinnelsen vedrører også et avgassrensesystem i form av en partikkelfanger som plasseres inne i et sekundært
20 dekomponeringskammer, da dekomponering av silaner i "free space reactors" kan føre til dannelsen av mikroskopiske silisiumpartikler, som kan bæres ut av reaktoren med avgangsgassene.

Kort beskrivelse av tegningene

25 Figur 1 viser skjematisk en reaktor for anvendelse ved utøvelse av foreliggende fremgangsmåte.

Figur 2 viser skjematisk et integrert system for fremstilling av høyrent silisium.

Figur 3A viser primærdekomponeringskammeret med en partikkelfanger samt sekundærdekomponeringskammeret på avgass-utløpet.

Figur 3B viser et snitt av partikkelfangeren sett fra siden samt sett fra toppen.

Figur 3C viser injeksjonssystemet.

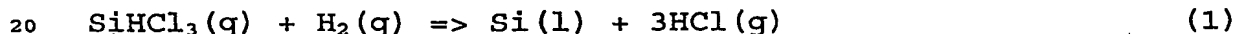
Figur 4 viser en temperaturprofil i reaktoren.

Figur 5 viser resultater av analyse av reaktorgassen etter oppnådd "steady state" sammenlignet med et signal uten noen form for konvertering (100 % SiHCl_3).

Figurene 6A, 6B og 6C viser resultater av analyse av reaktorgassen ved anvendelse av forskjellige $\text{H}_2:\text{SiHCl}_3$ blandingsforhold.

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

Formålet med fremgangsmåten er å produsere silisium med solcellekvalitet (Solar Grade Silicon, SOG) ved å spalte en silisiumforløper, for eksempel $\text{SiHCl}_3(\text{g})$, direkte til flytende silisium ved ca 1420°C i nærvær av stort overskudd av hydrogen, vist ved reaksjon (1)



Dekomponeringsreaktor

Figur 1 viser skjematisk en reaktor for utøvelse av foreliggende fremgangsmåte. Reaktoren (1) omfatter en rørehet (2) bestående av et rør (3) anordnet koaksialt med et ytre rør (4) gjennom hvilket hydrogen gass innføres, silisiumforløperen, for eksempel flytende triklorsilan, innføres gjennom det koaksialt anordnede røret (3) og dannet hydrogenkloridgass og overskudd av hydrogen føres ut

gjennom et utløp (5). Det dannede produkt, nemlig flytende silisium, føres ut via et overløpsrør (6). Reaktorens indre er på kjent måte utformet av et inert materiale så som silisiumnitrid, silisiumkarbid eller kvarts, hvorved
5 forurensning av det dannede silisium nedsettes. Ved anvendelse av foreliggende reaksjonskammer gis følgende fordeler:

1. Dekomponering foregår i en temperaturgradient som gjør at sekundære reaksjoner gir forbedret omdannelsesgrad.

10 2. Prematur dekomponering forhindres ved at

a. Gassene tilføres i separate rør;

b. Hydrogen benyttes for å avkjøle tilførselsrøret for silisiumforløperen (for eksempel triklorsilan);

15 c. Silisiumforløperen injiseres flytende gjennom et kapillarrør, derved oppnås en avkjølende virkning ved at A) silisiumforløperen fordamper under passering gjennom røret, og B) ved det betydelige trykkfall og ekspansjon som finner sted når
20 silisiumforløperen forlater damprøret;

d. avstanden fra smeltens overflate kan økes fordi gassene har så høy utgangshastighet at de «skytes» ned mot smeltens overflate. Derved kan injeksjonsrøret plasseres høyt i dekomponerings-
25 kammeret, der temperaturen er lavere;

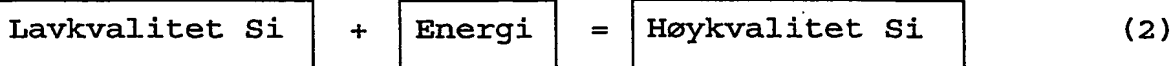
e. Det benyttes ikke forvarming av reaktantene.

3. Utførselsrøret for avgassene er plassert lengst mulig fra dekomponeringssonen hvor partikler dannes og lavere utgangstemperatur forhindrer fortsatt dekomponering i avløpssystemet;
30

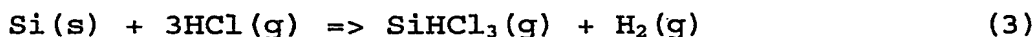
4. Nivået av flytende silisium reguleres ved konstant nivå i avløpsrøret.

Integrert system

Ved å integrere produksjon av $\text{SiHCl}_3(\text{g})$ i prosessen oppnås en i prinsippet lukket prosess uten avfallsprodukter, som vist i reaksjon (2):



Figur 2 viser skjematisk et integrert system for fremstilling av høyrent silisium. Det er dekomponeringsreaktoren beskrevet ovenfor som gjør denne prosessen mulig. Nummereringen benyttet viser til figur 2. $\text{SiHCl}_3(\text{g})$ fremstilles i en fluidisert sjiktreaktor (III) ved reaksjon mellom lavkvalitet silisium (I) og HCl (II):



Ved nøye kontroll av reaksjonsbetingelsene er det mulig å oppnå inntil 99 % utbytte av triklorsilan.

Biprodukter fra reaksjon 3 og hydrogen separeres fra SiHCl_3 i et rensetrinn (IV) basert på destillasjon, eventuelt partiell kondensering. Etter separasjon føres kondensert triklorsilan og hydrogen til separate lagringstanker (V og VI). Triklorsilan injiseres i dekomponeringskammeret (VIII) i flytende form (V) ved hjelp av en pumpe (VII).

Høykvalitets silisiumsmelte tappes kontinuerlig fra reaktoren. Hydrogen (VI) injiseres separat i dekomponeringskammeret. Etter reaksjon separeres (IX) hydrogen og saltsyregass ved hjelp av membranteknologi etter fjerning av tetraklorsilan og andre biprodukter ved kondensering (IX). Hydrogen og saltsyredamp resirkuleres henholdsvis til lagringstankene (VI) og (II). Tetraklorsilan og eventuelt

andre $\text{Si}_x\text{H}_y\text{Cl}_z$ forbindelser føres til et forbrenningsanlegg (X) for produksjon av mikrosilika (SiO_2). Et trekk ved oppfinnelsen vedrører fremstilling av høykvalitets silisium i denne tilnærmete lukkede prosessen.

5 Partikkelfangeren

Dekomponering av silaner i "free space reactors" kan føre til dannelse av mikroskopiske silisiumpartikler, "fines", som kan bæres ut av reaktoren med avgangsgassene. I henhold til foreliggende oppfinnelse kan avgangsgasser inneholdende partikler (for eksempel silisiumpartikler) føres inn i en partikkelfanger der partiklene fanges opp, delvis ved kollisjon med overflaten i partikkelfangeren og delvis ved kollisjon med den nedadrettede strømmen av smeltet silisium, hvorpå partiklene smelter og strømmer tilbake til silisiumsmelten.

Partiklene fanges opp ved at dekomponeringskammeret (figur 3A) består av det tidligere beskrevne injeksjonssystemet (2 samt figur 3C), et primærdekomponeringskammer (1), en partikkelfanger (7 samt figur 3B), et sekundær-dekomponeringskammer (8) og systemer for avtapping av flytende silisium (9).

Som beskrevet injiseres det flytende triklorsilanet og hydrogen ved hjelp av det koaksiale injeksjonssystemet (figur 3C) i primærdekomponeringskammeret (1) som holdes på en temperatur over smeltepunktet til silisium. Her skjer dekomponeringen i nærvær av et stort overskudd av hydrogen.

Partikler som ikke fanges opp av smelten i primærdekomponeringskammeret (1) transporteres med avgangsgassene inn i partikkelfangeren (7 samt figur 3B).

Figur 3B viser skjematisk en partikkelfanger for utførelse av foreliggende fremgangsmåte. Partikkelfangeren (7) omfatter en kanal (10) her illustrert med et kvadratisk

tverrsnitt, men som også kan ha annen geometri (for eksempel sirkulær) og skillevegger (11) med skrånende geometri (12), utformet slik at det dannes en spalte (13) mellom skilleveggen (11) og kanalveggen (10). Skilleveggene (11) er plassert slik at spalten (13) alternerer fra side til side. Avstanden mellom skilleveggene, størrelsen på spalten og vinkelen på skilleveggenes overside tilpasses strømningshastigheten, partikkelkonsentrasjonen, og smeltens viskositet, og kan variere langs kanalen. Kanalveggene og skilleveggene holdes på en temperatur over smeltepunktet til partiklene som skal fanges.

Oppfanging av partikler skjer på to måter. ¹⁾ Når gasstrømmen tvinges til å endre retning på grunn av skilleveggene vil retningen til partiklene endres i mindre grad fordi de har større tetthet enn gassen. Partiklene vil derved kolliderer med kanalveggen og skilleveggene. Kanalveggen og skilleveggene holdes på en temperatur over partiklenes smeltepunkt. Ved kollisjon vil partiklene fanges i den filmen av smelte (for eksempel silisiumsmelte) som dannes på overflaten til kanalveggen og skilleveggene, og partiklene smelter og bidrar til videre oppbygging av filmen av flytende smelte. ²⁾ Når filmen av flytende smelte når en kritisk tykkelse, som avhenger av temperatur og vinkel på skilleveggene, vil denne begynne å drenere nedover. Det dannes "et regn" av flytende smelte når dette drenerer vertikalt fra skillevegg til skillevegg og fra nederste skillevegg til smelten. Dette "regnet" av flytende smelte har motsatt strømningsretning til partiklene, og vil også bidra til oppfanging av partikler ved kollisjon.

Som påpekt ovenfor er det ønskelig å etablere en temperaturgradient i dekomponeringskammeret slik at eventuelle biprodukter (for eksempel SiCl_2) fra primærreaksjonen: $\text{SiHCl}_3 + \text{H}_2 \Rightarrow \text{Si} + 3\text{HCl}$ kan omdannes til silisium ved

5 hjelp av sekundære reaksjoner ved temperaturer under smeltepunktet til silisium. I sekundær-dekomponeringskammeret (8) etableres denne temperaturgradienten på en slik måte at hele partikkelfangeren holdes på en temperatur over smeltepunktet til silisium, mens toppen av reaktoren

10 kjøles. Dermed faller partikulært silisium dannet i sekundærreaksjoner i den avkjølte delen av sekundærdekomponeringskammeret ned i smelten i bunnen av dette.

Avtappingsmekanismer

15 Både det primære- og sekundære dekomponeringskammeret utstyres med mekanismer for avtapping av flytende silisium (5 i figur 3A). Avtappingsmekanismen er utformet for å holde et konstant nivå på silisiumsmelten inne i reaksjonskamrene.

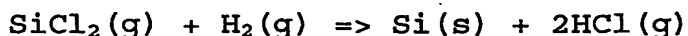
20 Eksperimentelle resultater

I det etterfølgende beskrives fremstilling av rent silisium ved anvendelse av en reaktor i henhold til foreliggende oppfinnelse. Triklorsilan ble anvendt som kilde for silisiumfremstillingen, men det er åpenbart at man kan

25 anvende andre silisiumforløpere så som silan, tetraklorsilan, samt andre halogenerte silaner. Triklorsilan er det foretrukne utgangsmaterialet for fremstilling av rent silisium, fordi triklorsilan er rimelig og lett å fremstille.

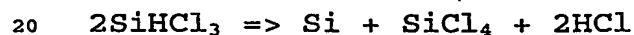
30 Preliminære forsøk ble utført med en gjennomstrømningsreaktor hvor triklorsilan ble ført gjennom en reaktor med varierende mengde tilsatt hydrogen. I en slik gjennomstrømningsreaktor vil overskudd av hydrogen føre til større

omsetning av triklorsilan til silisium. Imidlertid vil
 anvendelse av en reaktor som eksempelvis beskrevet i US
 Patent nr. 4.176.166 med et stort overskudd av hydrogen,
 ved temperaturen som hersker nær det smeltede silisium,
 5 føre til dannelselse av silisiumdikloridgass. Ved foreliggende
 fremgangsmåte og ved anvendelse av foreliggende
 dekomponeringsreaktorsystem, med en stor temperaturgradient
 mellom overflaten av det smeltede silisium og den øvre del
 av reaktoren, vil silisiumdiklorid reagere med overskuddet
 10 av hydrogen i den kalde sonen etter følgende formel:



Det dannede faste silisium vil falle ned i silisiumsmelten.
 På denne måten kan tap av silisium i form av SiCl_2 unngås
 og utbyttet økes.

15 Preliminære forsøk har ved GC-analyse av utgangsgasser vist
 et utbytte av Si på ca 80 % med et $\text{H}_2:\text{SiHCl}_3$
 blandingsforhold i injeksjonsgassen på 6:1. Utgangsgassen
 inneholdt i dette forsøket kun ca 2 % SiCl_4 som antas
 dannet ved reaksjonen



Eksempel 1

Det ble anvendt en vertikal reaktor, høyde 85 cm, indre
 diameter 4,5 cm, lukket i bunn og med en etablert tempera-
 turgradient som vist i grafen i figur 4.

25 Reaktoren var forsynt med et innløpssystem omfattende et
 indre stålrør med en indre diameter på 0,25 mm anordnet
 inne i et ytre stålrør med en indre diameter på 2,18 mm.
 SiHCl_3 ble tilført ved hjelp av en høytrykkspumpe (0,2
 ml/min) tilsvarende ca 50 ml/min gass ved STP. Hydrogengass
 30 ble innført gjennom det ytre rør i en mengde på 50 ml/min.
 Det ble anvendt det teoretiske laveste $\text{H}_2:\text{SiHCl}_3$

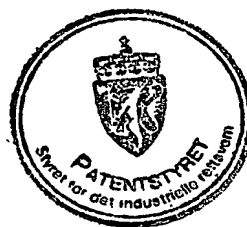
blandingsforholdet som kan tenkes, for derved å indikere den minst tenkelige kjøleeffekt av hydrogengassen som innføres. Hensikten med dette forsøket var derfor ikke å oppnå en høyest mulig grad av konvertering av innført triklorsilan.

Det mest signifikante resultatet av dette forsøket som forløp i tre timer var at det ikke var tegn til gjengroing av tilførselssystemet. Som forventet ble det ved forsøket observert lavere konvertering av SiHCl_3 , som tilskrives lavt H_2 : SiHCl_3 -blandingsforhold samt på grunn av reaktordimensjonene hvor reaktorens indre diameter var relativt liten i forhold til reaktorens høyde, med den følge at en mindre andel av injeksjonsgassen nådde ned i høytemperatursonen. Det sistnevnte forholdet anses ikke å være en vesentlig innvending, da det enkelt kan omgås ved valg av et annet forhold mellom dimensjon og injeksjonssystemet og reaktordimensjonen.

De oppnådde resultatene fremgår av grafen i figur 5 som viser resultater av analyse av reaktorgassen etter oppnådd "steady state" og sammenligner denne med hvordan signalet ville ha vært uten noen form for konvertering (100 % SiHCl_3). I dette forsøket ble det oppnådd ca 70 % konvertering av SiHCl_3 og ca 26 % ble gjenvunnet som SiCl_4 i avgassen.

Det er åpenbart at en høyere konvertering ville ha blitt oppnådd ved anvendelse av et overskudd av hydrogen i forhold til den innførte støkiometriske mengde. Den anvendte forsøksreaktoren var ikke forsynt med et avløp for det flytende silisium som avsatte seg i bunnen og på sidene i den nedre, varme delen av reaktoren.

For å undertrykke dannelsen av tetraklorsilan (SiCl_4) er det nødvendig å operere med et overskudd av hydrogen. Effekten av $\text{H}_2:\text{SiHCl}_3$ forholdet ble undersøkt i en serie av forsøk med blandingsforholdene 1.1:1, 3.1:1 og 6.3:1. I denne serien avtar konsentrasjonen av SiCl_4 i avgangsgassen fra 19% til 2%. Resultatene vises i Figur 6.



P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved fremstilling av silisium av sol-cellegrad ved termisk spaltning av en silisiumforløper i nærvær av et overskudd av hydrogen ved separat innføring av
5 hydrogengass og silisiumforløperen i et vertikalt anordnet reaksjonskammer i hvis nedre del holdes en dam av flytende silisium mot hvis overflate reaktantene rettes og reagerer under dannelselse av hovedsakelig elementært silisium og hydrogenklorid; dannede avgasser og dannede biprodukter
10 trekkes av fra kolonnens øvre del; dannet silisium trekkes av fra reaktorens nedre del,
k a r a k t e r i s e r t v e d at flytende silisiumforløper ved omgivelsestemperatur innføres gjennom et rør anordnet koaksialt i et tilførselsrør for hydrogengass
15 hvorved hydrogengassen fungerer som et kjølemedium for den innførte silisiumforløperen, i reaktoren holdes en steil temperaturgradient, og ved rask ekspansjon av silisiumforløperen og hydrogengass føres reaktantene med stor hastighet mot overflaten av det smeltede silisium og
20 bringes til reaksjon i den nedre varme delen av reaktoren, idet eventuelt dannet silisiumdiklorid reagerer med overskudd av hydrogen i den øvre delen av reaktoren og faller ned som partikkelformig fast silisium.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
25 k a r a k t e r i s e r t v e d at silisiumforløperen er triklorsilan, silan, tetraklorsilan, eller andre halogenerte silaner, og fortrinnsvis triklorsilan.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at temperaturen i den
30 nederste delen av reaktoren holdes ved en temperatur over smeltepunktet for silisium på 1410 °C og den kaldeste øvre del holdes ved en temperatur under 400 °C.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 1, 2 eller 3,
k a r a k t e r i s e r t v e d at nivået av silisium-

smelte i reaktoren holdes konstant ved hjelp av et system for kontinuerlig avtapping.

5. Reaktor for utøvelse av fremgangsmåten ifølge de foregående krav, omfattende en langstrakt beholder (1) med
5 en inert foring, hvor beholderen er forsynt med et injeksjonssystem (2) for en silisiumforløper, fortrinnsvis triklorsilan, og hydrogen, og et utløp (5) for ikke-omsatt hydrogen, HCl og eventuelle biprodukter,
k a r a k t e r i s e r t v e d et konstant nivå
10 uttapningssystem (6) for dannet, flytende silisium, at innløpssystemet (2) omfatter et ytre rør (4) for innføring av hydrogengass og et med røret (4) anordnet koaksialt med et rør (3) for innføring av flytende silisiumforløper, og hvor reaktorens høyde er tilstrekkelig stor til at den
15 nødvendige steile temperaturgradienten kan dannes.

6. Anordning ifølge krav 5,
k a r a k t e r i s e r t v e d at temperaturen i den nederste del av reaktoren holdes ved en temperatur over smeltepunktet for silisium og den kaldeste øvre del holdes
20 ved en temperatur under 400 °C.

7. Anvendelse av fremgangsmåten ifølge kravene 1-4 og anordningen ifølge kravene 5-6 ved fremstilling av silisium av solcellekvalitet, i en integrert, tilnærmet lukket prosess ved å omsette ikke-raffinert silisium med hydrogenkloridgass under dannelse av triklorsilan som innføres i
25 en reaktor ifølge krav 5, etter hvilket ikke-omdannet hydrogen og hydrogenklorid separeres og hydrogenkloridgassen anvendes for omsetning med ytterligere uraffinert silisium og hydrogengassen innføres som en reaktant i
30 prosessen.

8. Fremgangsmåte for fjerning av partikler fra avgasser ved plassering av en partikkelfanger på et avgassutløp fra en reaktor eller en ovn,
k a r a k t e r i s e r t v e d at både partikkel-

fangeren og reaktor(ovn)en holdes på en temperatur over partiklenes smeltepunkt, og som fører til at partiklene innfanges, smeltes og dreneres tilbake i smelten.

9. Fremgangsmåte ifølge krav 8,

5 k a r a k t e r i s e r t v e d at partikkelfangeren har en kanal med alternerende skillevegger som medfører et undulerende strømningsmønster for den partikkelbærende gassfasen.

10. Fremgangsmåte i følge krav 8,

10 k a r a k t e r i s e r t v e d at partiklene, på grunn av det undulerende strømningsmønsteret, fanges opp av smeltefasen på kanalveggen og skilleveggene.

11. Fremgangsmåte i følge krav 8,

15 k a r a k t e r i s e r t v e d at smeltefasen, på grunn av skilleveggens skrånede overside drenerer vertikalt nedoverrettet.

12. Partikkelfanger for utøvelse av fremgangsmåten ifølge kravene 8 til 12,

20 k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter en kanal (10) med skillevegger (11) med nedadskrånende geometri (12) utformet slik at det dannes en spalte (13) mellom skilleveggen (11) og kanalveggen (10), der skilleveggene (11) alternerer fra side til side.

13. Partikkelfanger ifølge krav 13,

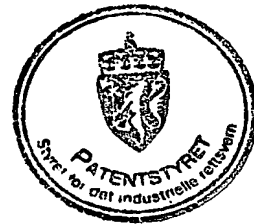
25 k a r a k t e r i s e r t v e d at kanalens tverrsnitt fortrinnsvis er kvadratisk.

14. Partikkelfanger ifølge krav 13 eller 14,

30 k a r a k t e r i s e r t v e d at kanalveggene og skilleveggene holdes på en temperatur over smeltepunktet til partiklene som skal fanges.

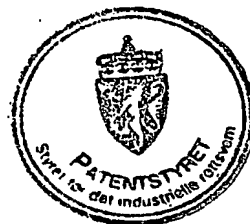
15. Partikkelfangeren ifølge krav 13, 14 eller 15, karakterisert ved at partikkelfangeren plasseres inne i et sekundærreaksjonskammer hvori det holdes en temperaturgradient mellom den øvre delen av reaksjonskammeret og partikkelfangeren.

16. Anvendelse av anordningen ifølge kravene 13 til 16 ved utøvelse av fremgangsmåten ifølge kravene 1 til 4 på avgassene fra primærdekomponeringsreaktoren.

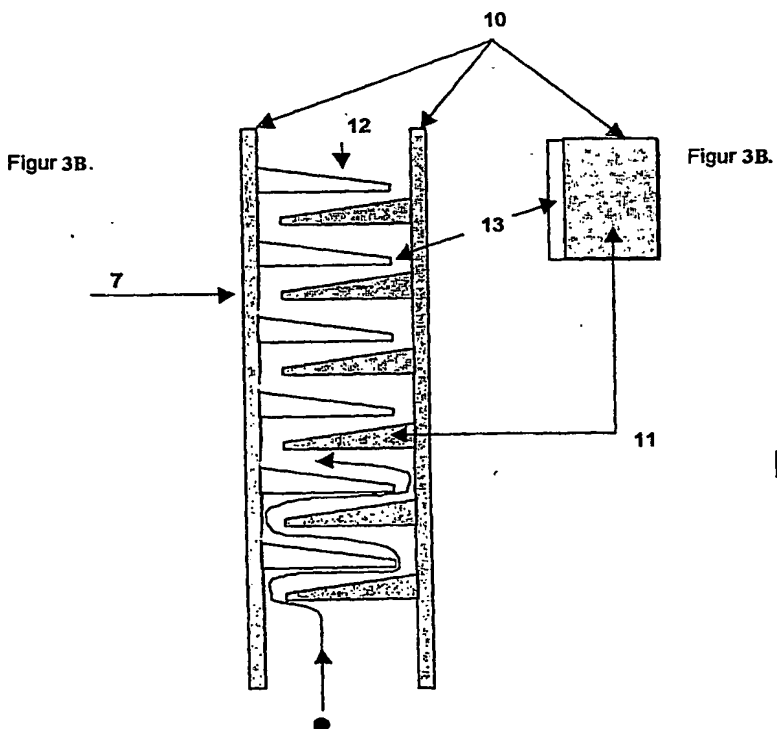
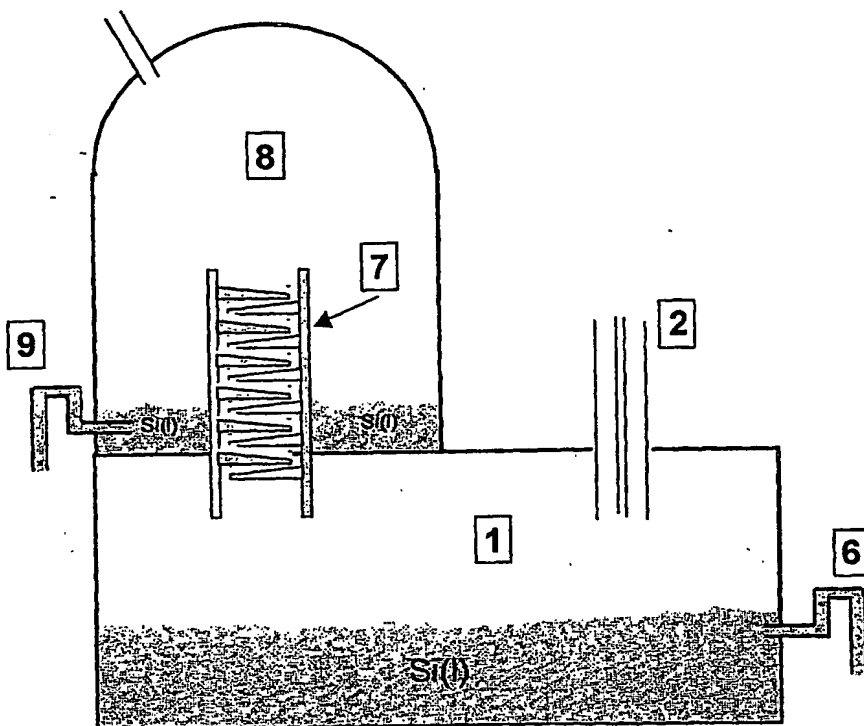


S a m m e n d r a g

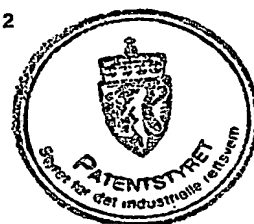
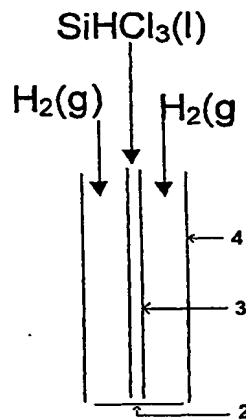
Silisium av solcellekvalitet fremstilles ved å spalte en silisiumforløper, fortrinnsvis triklorsilan, i nærvær av et overskudd av hydrogengass, hvor reaktantene innføres i et reaksjonskammer (1) hvis nedre del holdes ved en temperatur over silisiumets smeltepunkt og hvis øvre del holdes ved omgivelsestemperatur. Fremgangsmåten er særpreget ved at triklorsilan innføres flytende i et tilførselsrør (3) som er anordnet koaksialt inne i et ytre rør (4) for innføring av hydrogengass som virker som et kjølemiddel for det innførte flytende triklorsilan. Dannet silisium oppsamles i den nedre del av beholderen (1) og avtappes via et avløpssystem (6). Overskudd av hydrogen og hydrogenklorid avtrekkes via et avløp (5) og kan eventuelt, etter rensning, anvendes som reaktanter i et tilnærmet lukket system for fremstilling av rent silisium fra ikke-raffinert silisium. Silisiumpartikler i avgangsgassene kan separeres, smeltes og resirkuleres ved hjelp av en partikkelfanger.



3A



Figur 3C.



1

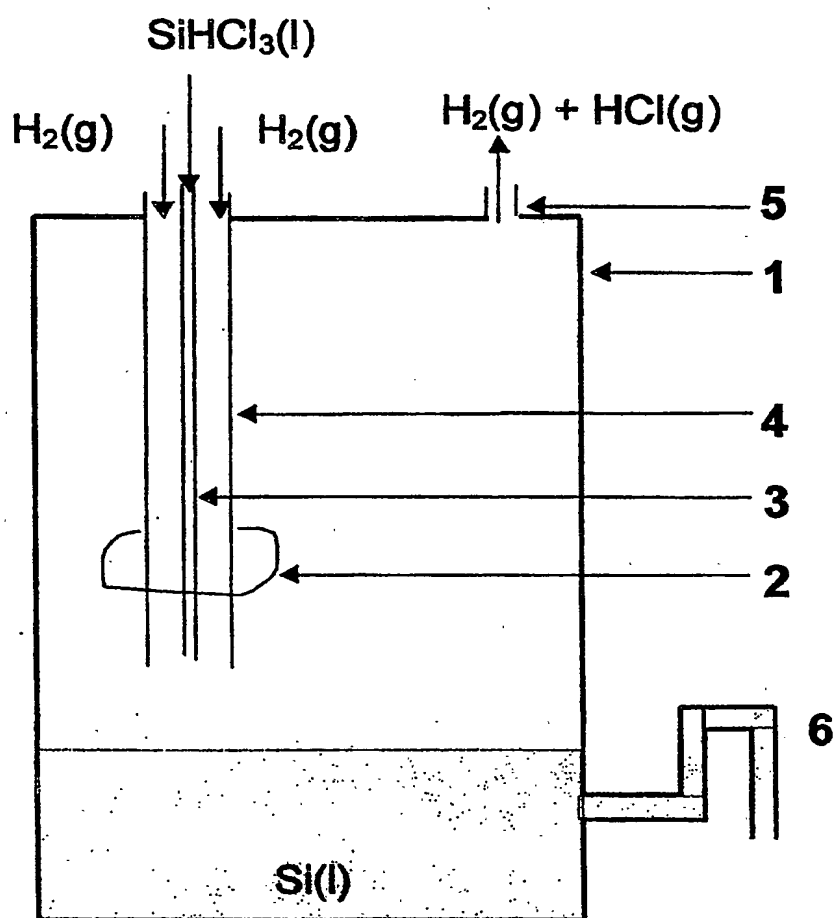
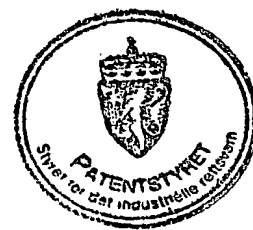
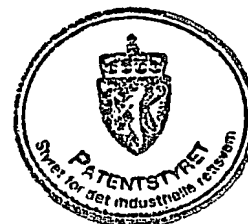
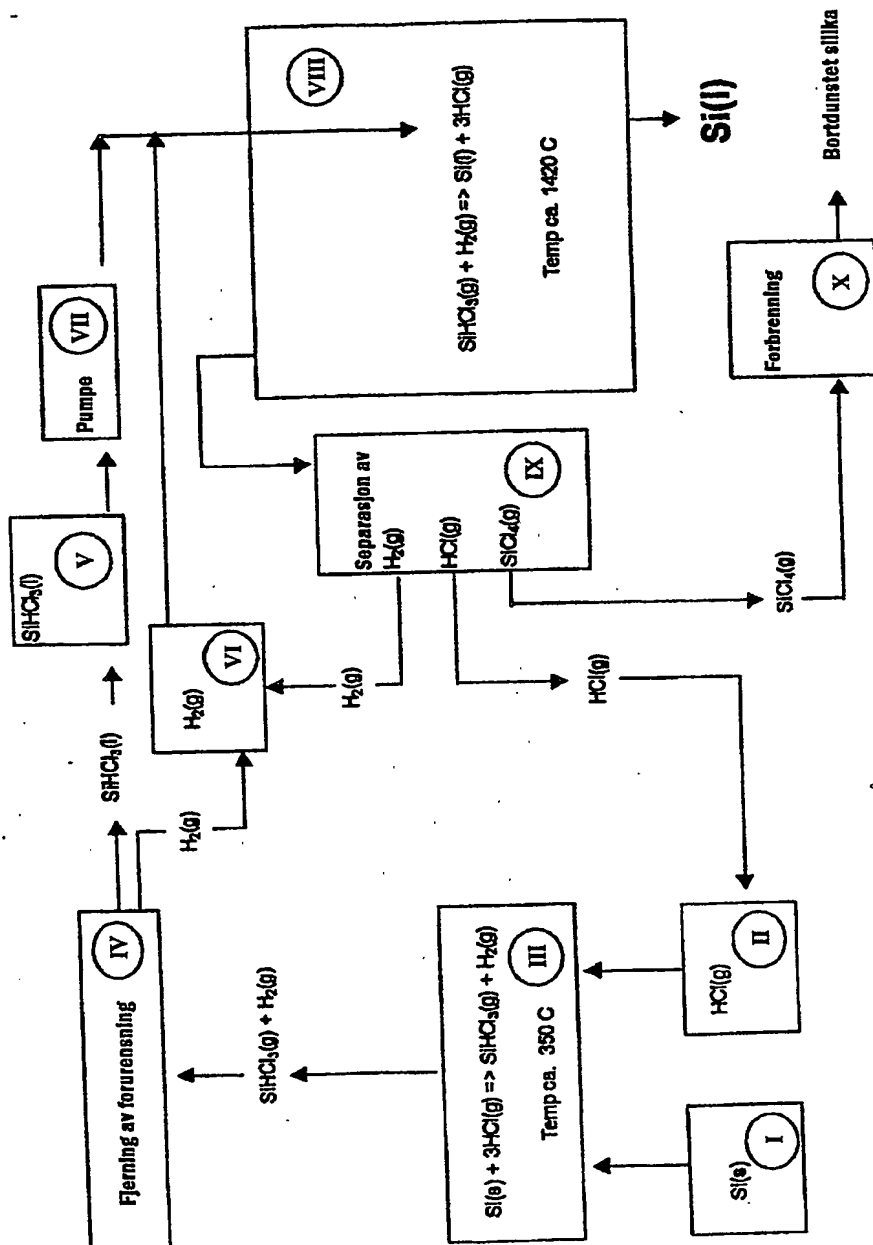


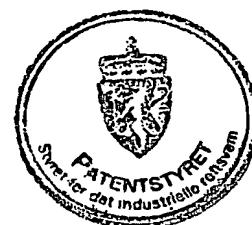
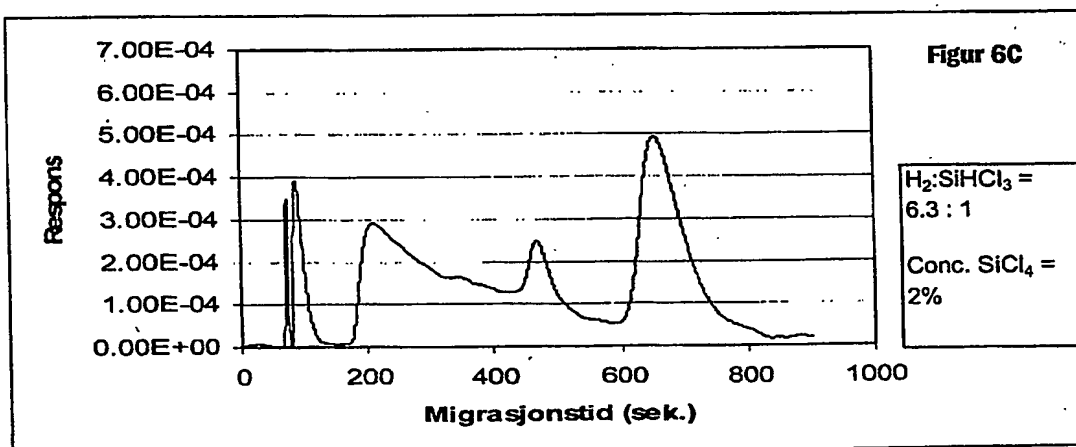
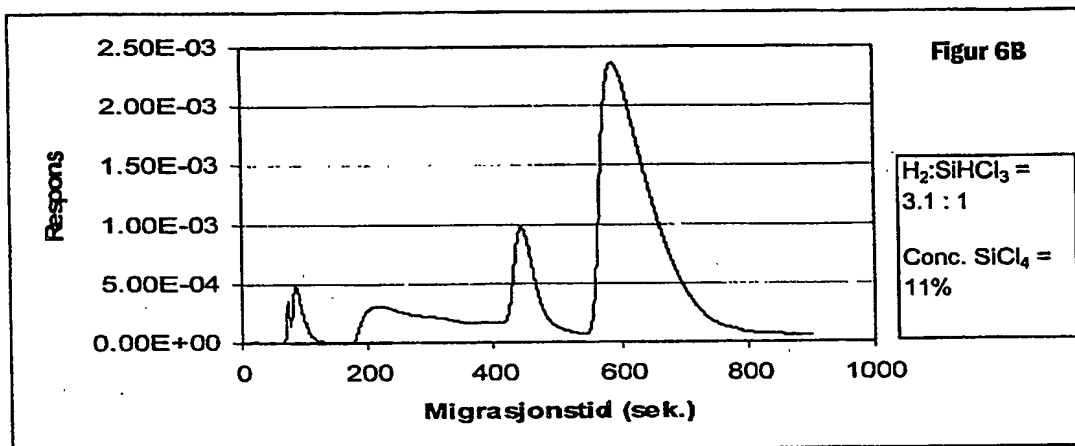
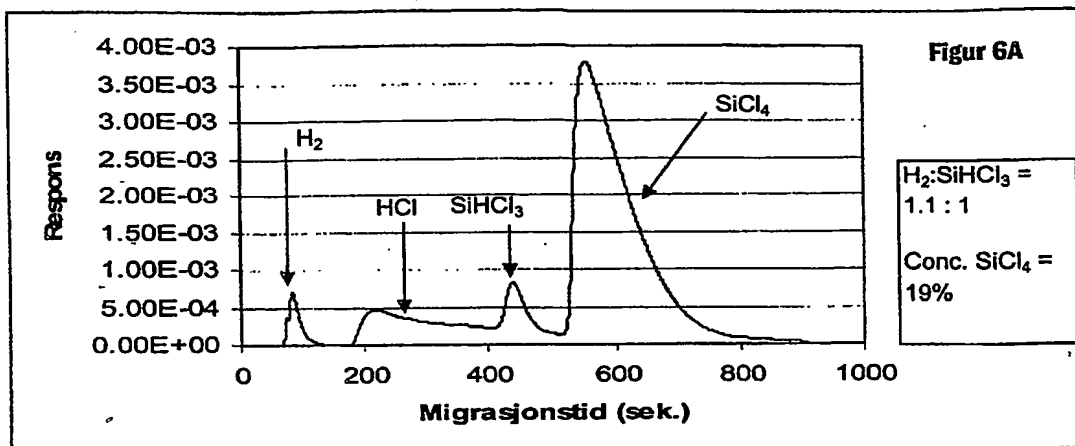
Fig. 1

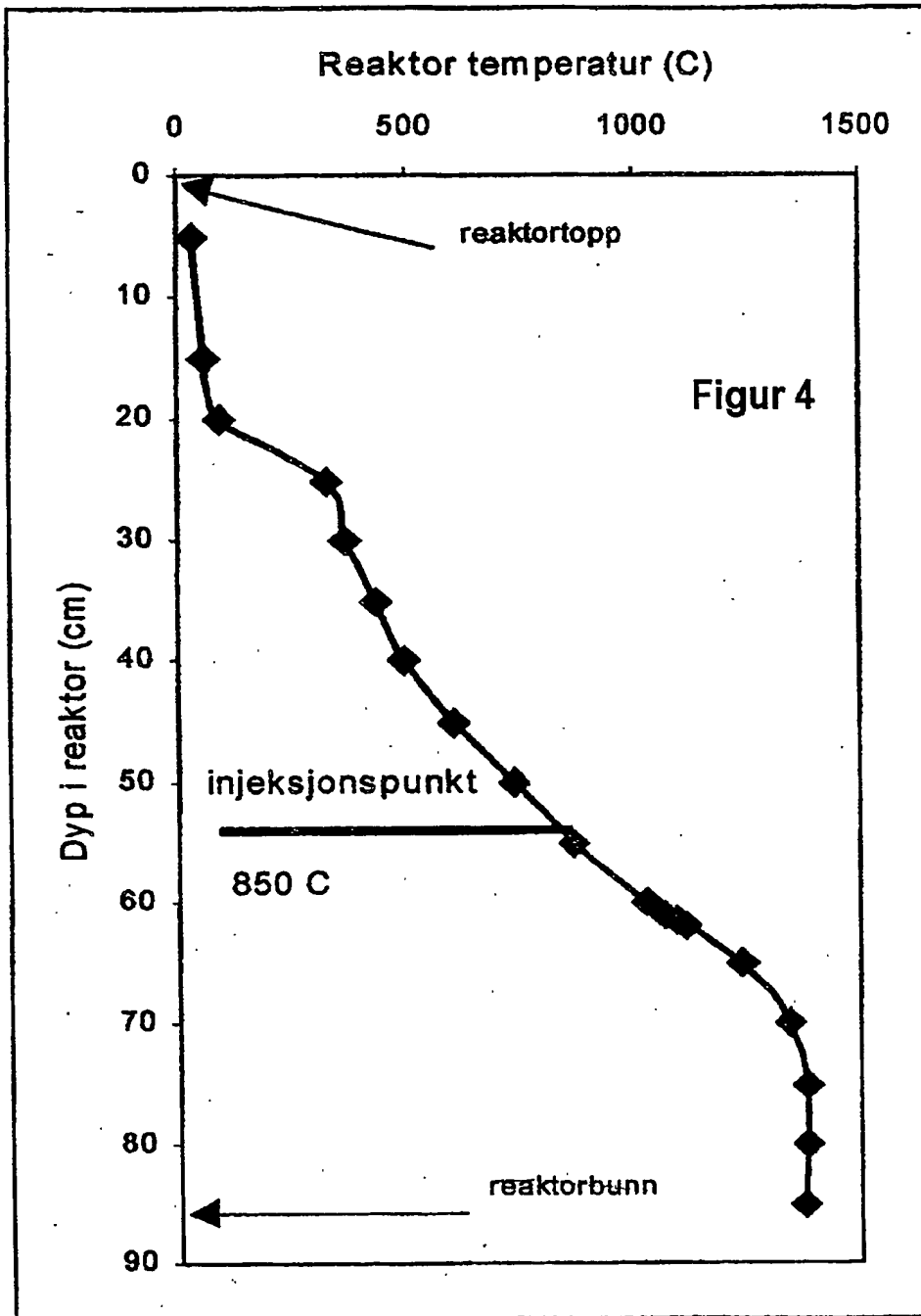


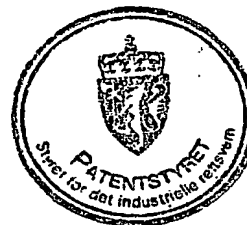
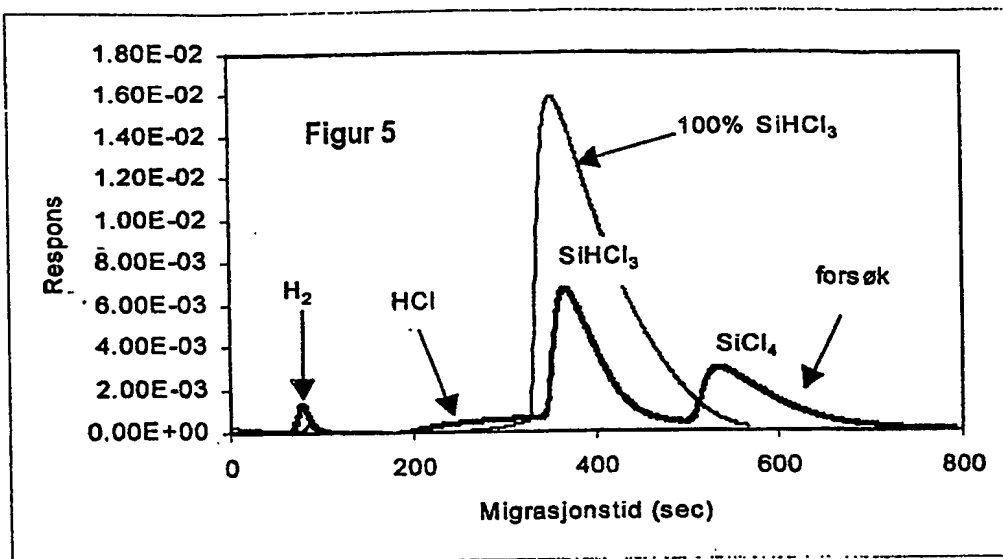
2



5







**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.